# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

2001-259380

(43) Date of publication of application: 25.09.2001

(51)Int.Cl.

B01D 63/02 D02J 13/00 F26B 5/12

F26B 9/00

(21)Application number: 2000-081532

(71)Applicant: TORAY IND INC

(22)Date of filing:

23.03.2000

(72)Inventor: MATSUMOTO HIROSHI

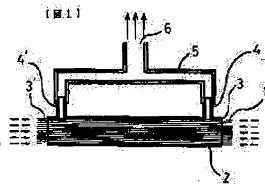
**KUMO ICHIRO** 

# (54) METHOD AND APPARATUS FOR DRYING HOLLOW FIBER BUNDLE

# (57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To selectively and efficiently dry only the moisture-containing end parts of a hollow fiber bundle in a process prior to forming a module of the hollow fiber bundle.

SOLUTION: In a method for drying the hollow fiber bundle, a cylindrical body, which houses the hollow yarn bundle and has an opening part at least at one end thereof and has a venting hole separately from the opening part, is provided and an air pipe is connected to the venting hole to supply air to the opening part and venting hole of the cylindrical body.



## **LEGAL STATUS**

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or



application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

decision of rejection]

[Date of extinction of right]

## [JP,2001-259380,A]

- 1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

#### DETAILED DESCRIPTION

# [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention offers the desiccation approach of the hollow filament bundle which can dry only an edge for the moisture which the hollow filament bundle end section contains alternatively and efficiently about the last process which carries out the modularization of the hollow filament bundle, and a dryer.

[0002]

[Description of the Prior Art] The hollow fiber module is widely used for an artificial kidney, an artificial liver, an artificial lung, plasma skimming, the ultrafiltration, the water purifier, etc., and is better known than before about many operation gestalten and various applications. [0003] In bundling two or more hollow filaments and carrying out a nothing modularization to a hollow filament bundle, the manufacture approach which fixes the hollow filament bundle end section to casing by resin is common. At this time, it is required that the moisture of a hollow filament bundle should be dried moderately so that a reaction with unnecessary moisture and above-mentioned resin which a hollow filament bundle contains may not be caused. [0004] As the conventional desiccation approach, it is common to put a hollow filament bundle into ordinary temperature or the thermostatic chamber of dry air. However, long duration is required for mass-producing, or a large-scale desiccation thermostatic chamber is required. [0005] Although the approach for drying efficiently to JP,6-10208,A that the above should be improved is indicated, by the above-mentioned approach, the hollow filament bundle center section which is unrelated to immobilization by resin is also dried. Drying a thread center section superfluously affects the hole structure of a hollow fiber, and it has a possibility that the engine performance to expect may not be obtained to dialysis or filtration.

[0006] Although there is an approach indicated by JP,4-256423,A about how to dry only an edge alternatively, it is necessary to connect coupling to sheath both ends. That is, after it evacuates to sheath shaft orientations and coupling awaits a sheath, after checking sheath arrival, coupling must be moved, it must connect with a sheath, and it becomes complicated [ the device of equipment ]. Moreover, the diameter of opening of a sheath will be limited to a coupling function, and a degree of freedom is missing from a viewpoint of other form mass production. [0007]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] This invention aims at offering the desiccation approach of the hollow filament bundle which can dry the edge of a hollow filament bundle alternatively and efficiently for the purpose of solving the technical problem in the abovementioned conventional technique, and a dryer.

[8000]

[Means for Solving the Problem] That the above-mentioned purpose should be attained, as a

result of this invention persons' inquiring wholeheartedly, this invention shown below was reached.

[0009] That is, the desiccation approach of the hollow filament bundle of this invention according to claim 1 is characterized by for an end carrying out opening at least, and connecting a vent pipe to the above-mentioned bleeder of the tube-like object which stores a hollow filament bundle and which has a bleeder apart from the above-mentioned opening, and carrying out aeration to opening and the bleeder of the above-mentioned tube-like object.

[0010] The location of the above-mentioned opening determines whether only the die length of which dries the edge of the above-mentioned hollow filament bundle alternatively. As for opening and the above-mentioned vent hole of the above-mentioned tube-like object, corresponding by one to one is desirable. That is, if one and a tube-like object have opening to both ends, two places of a vent hole are desirable [ a vent hole ], if the number of openings of the above-mentioned tube-like object is one.

[0011] The desiccation approach of the hollow filament bundle of this invention according to claim 2 is characterized by for an end carrying out opening at least, and connecting a vent pipe to the above-mentioned bleeder of the tube-like object which stores a hollow filament bundle and which has a bleeder apart from the above-mentioned opening, carrying out suction aeration from the bleeder of the above-mentioned tube-like object, and exhausting from opening.

[0012] By attracting a desiccation gas from the above-mentioned vent hole, the direction which made the desiccation gas ventilate from the above-mentioned tube-like object opening to a vent hole can carry out more certainly drying the edge of the above-mentioned hollow filament bundle alternatively.

[0013] The desiccation approach of the hollow filament bundle of this invention according to claim 3 is characterized by the above-mentioned tube-like object being casing of a hollow fiber module.

[0014] If casing of a hollow fiber module is used as a tube-like object of desiccation, it can shift to degree process promptly and a production process can be simplified. That is, use the first fluid opening of the above-mentioned casing as opening, and let the second fluid opening be a vent hole.

[0015] An end carries out opening at least, and the desiccation approach of the hollow filament bundle of this invention according to claim 4 is characterized by connecting a vent pipe to the above-mentioned bleeder of the tube-like object which prepared the member which stores a hollow filament bundle, and which blockades a part of above-mentioned opening, and carrying out aeration to opening and the bleeder of the above-mentioned tube-like object while having a bleeder apart from the above-mentioned opening.

[0016] It can prevent that a desiccation gas bypasses and the gap of a hollow filament [ in / for a desiccation gas / a hollow filament bundle ] can be made to ventilate certainly by blockading openings other than the hollow filament bundle in opening of the above-mentioned tube-like object by the above-mentioned member.

[0017] An end carries out opening at least, and the desiccation approach of the hollow filament bundle of this invention according to claim 5 is characterized by connecting a vent pipe to the above-mentioned bleeder of the tube-like object which prepared the member which stores a hollow filament bundle, and which blockades a part of above-mentioned opening, carrying out suction aeration from the bleeder of the above-mentioned tube-like object, and exhausting from opening while having a bleeder apart from the above-mentioned opening.

[0018] The desiccation approach of the hollow filament bundle of this invention according to

claim 6 is characterized by the above-mentioned tube-like object being casing of a hollow fiber module.

[0019] An end carries out opening at least, and the dryer of the hollow filament bundle of this invention according to claim 7 is characterized by having the vent pipe connected with the above-mentioned bleeder, and the device in which mind the above-mentioned vent pipe, and a gas is ventilated and/or attracted to the above-mentioned bleeder in the tube-like object for which a hollow filament bundle is stored and which has a bleeder apart from the above-mentioned opening.

[0020] If the configuration of a bleeder is set constant, it is not influenced by the diameter of a hollow filament bundle, but since desiccation can be continued without changing the configuration of a bleeder linkage, it is suitable for multi-form mass production.

[0021]

[Embodiment of the Invention] Next, the example of this invention is explained to a detail using a drawing. In addition, this example does not restrict the gestalt of this invention.

[0022] <u>Drawing 1</u> is the schematic diagram showing an example of the hollow filament bundle desiccation approach of this invention.

[0023] In drawing 1, 2 is a cylinder object which stores the hollow filament bundle 1, and opening 3 and 3' are prepared in the direction both ends of a major axis of this cylinder object, respectively. Moreover, a bleeder 4 and 4' are prepared in the lateral portion [/ near the both ends of this tube-like object], respectively. This bleeder 4 and the vent pipe 5 which opens 4' for free passage are further attached in this bleeder 4 and 4' free [ attachment and detachment]. In addition, each bleeder 4 and gas \*\*\*\*\*\*\*\* 6 which discharges a desiccation gas to installation or the exterior inside in the middle of piping which opens 4' for free passage are formed in the vent pipe 5.

[0024] Since the bleeder 4 of a vent pipe 5 and the entry to 4' should just insert a bleeder 4 and 4' to a vent pipe 5 when installing the cylinder object 2 in a dryer in a production process by manufacturing at a bleeder 4 and the same spacing as 4', it is not necessary to make a vent pipe 5 into working.

[0025] The gas with which desiccation of the hollow filament bundle 1 is presented is sent into a bleeder 4 and 4' from gas \*\*\*\*\*\*\* 6 of a vent pipe 5, passes through the inside of the hollow filament bundle 1, and is discharged by opening 3. Or it passes through the inside of the hollow filament bundle 1 from opening 3, is drawn in by the vent pipe 5 from a bleeder 4 and 4', and is discharged from gas \*\*\*\*\*\*\* 6. Only the edge of the hollow filament bundle 1 can be made to pass efficiently the gas with which desiccation is presented by the above.

[0026] In the above, to the diameter of the hollow filament bundle 1, if the diameter of opening 3 is large, a desiccation gas passes through the side face of the hollow filament bundle 1, and efficient desiccation cannot be realized. Therefore, \*\* which prevents the bypass of a desiccation gas using the hollow filament bundle 1, opening 3, the lock out member 7 that blockades the clearance between 3', and 7' is possible as shown in drawing 2.

[0027] As a material of the hollow filament bundle 1, a cellulose, polymethylmethacrylate, polypropylene, Pori Sall John, etc. are mentioned. About the material of the cylinder object 2 and the member 7 to blockade, if endurance is searched for and it will ask for lightweight nature using steel materials, resin can be used.

[0028] Although a desiccation gas changes with a hollow filament bundle material and drying effects to search for, it is desirable to consider as the temperature and humidity which do not spoil the filtration or the dialysis engine performance for which a hollow filament is asked.

[0029] In addition, as shown in <u>drawing 3</u> as a tube-like object, the hollow fiber module casing 8 may be used. Moreover, as shown in the equipment of <u>drawing 3</u> R> 3, the lock out member 7 and 7' may be used further.

[0030] Moreover, as for opening 3 and 3', either may be blockaded.

[0031]

[Example] It explains using example 1 drawing 3. 14,688 Pori Sall John hollow filaments containing a glycerol water solution were cut to an even length in die length of 248mm, and the hollow filament bundle 1 with a diameter of 45mm was formed. The above-mentioned hollow filament bundle 1 was inserted in the 52mm hollow fiber module casing 8 of the bore of 46.5mm, and the diameter of opening. Furthermore, the member 7 for blockading the casing opening 3 and a part of 3' and 7' were attached in the opening 3 of the above-mentioned casing, and 3', and aperture of opening 3 and 3' was set to the 45 samemm as the above-mentioned hollow filament bundle diameter. And after putting on the desiccation ambient atmosphere of the temperature of 40\*\*2 degrees C, and 5\*\*3% of humidity gently, when it drew in and dried from gas \*\*\*\*\*\*\*\* 6 prepared in the vent pipe 5, the amount of desiccation of an average of 8.8g (n=3) was obtained by suction for 12 minutes. the airflow computed from the suction wind speed --for 12 minutes -- 12.5m3 it was . That is, in order to obtain the amount of desiccation of 1g, it is 3 1.4m. Dry air was required.

It explains using example <u>drawing 4</u> of a comparison. The hollow filament bundle 1 created like the example 1 is inserted in the hollow fiber module casing 8, and it is dry air of the temperature of 40\*\*2 degrees C, and 5\*\*3% of humidity per minute 2.4m from the both ends of the abovementioned casing 3 The amount of desiccation of an average of 10.0g (n= 4) was obtained by the spraying for 11 minutes with sprayed \*\* at the time. That is, in order to obtain the amount of desiccation of 1g, it is 3 2.6m. Dry air was required.

[0032]

[Effect of the Invention] As mentioned above, the effectiveness that the above-mentioned opening dries the edge of a hollow filament bundle alternatively and efficiently by consisting of a tube-like object which has a bleeder independently, and using the desiccation approach of the hollow filament bundle characterized by carrying out aeration to opening and the bleeder of the above-mentioned tube-like object within a desiccation ambient atmosphere is done so by at least one side which stores a hollow filament bundle and the above-mentioned thread according to this invention and to store carrying out opening. Made it that the diameter of tube-like object opening and a hollow filament bundle diameter are the same, or more effective still more preferably, as an example shows to approximate.

## **CLAIMS**

[Claim(s)]

[Claim 1] The desiccation approach of the hollow filament bundle characterized by for an end carrying out opening at least, and connecting a vent pipe to the above-mentioned bleeder of the tube-like object which stores a hollow filament bundle, and which has a bleeder apart from the above-mentioned opening, and carrying out aeration to opening and the bleeder of the above-mentioned tube-like object.

[Claim 2] The desiccation approach of the hollow filament bundle characterized by for an end carrying out opening at least, and connecting a vent pipe to the above-mentioned bleeder of the tube-like object which stores a hollow filament bundle, and which has a bleeder apart from the

above-mentioned opening, carrying out suction aeration from the bleeder of the above-mentioned tube-like object, and exhausting from opening.

[Claim 3] The desiccation approach of the hollow filament bundle according to claim 1 or 2 characterized by the above-mentioned tube-like object being casing of a hollow fiber module. [Claim 4] The desiccation approach of the hollow filament bundle characterized by for an end carrying out opening at least, and connecting a vent pipe to the above-mentioned bleeder of the tube-like object which prepared the member which stores a hollow filament bundle, and which blockades a part of above-mentioned opening, and carrying out aeration to opening and the bleeder of the above-mentioned tube-like object while having a bleeder apart from the above-mentioned opening.

[Claim 5] The desiccation approach of the hollow filament bundle characterized by for an end carrying out opening at least, and connecting a vent pipe to the above-mentioned bleeder of the tube-like object which prepared the member which stores a hollow filament bundle, and which blockades a part of above-mentioned opening while having the bleeder apart from the above-mentioned opening, carrying out suction aeration from the bleeder of the above-mentioned tube-like object, and exhausting from opening.

[Claim 6] The desiccation approach of the hollow filament bundle according to claim 4 or 5 characterized by the above-mentioned tube-like object being casing of a hollow fiber module. [Claim 7] The dryer of the hollow filament bundle which an end carries out opening at least, and is characterized by having the vent pipe connected with the above-mentioned bleeder, and the device in which mind the above-mentioned vent pipe, and a gas is ventilated and/or attracted to the above-mentioned bleeder, in the tube-like object which stores a hollow filament bundle, and which has a bleeder apart from the above-mentioned opening.

# (19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号 特開2001-259380 (P2001-259380A)

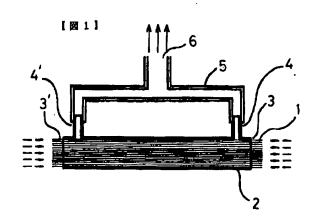
(43)公開日 平成13年9月25日(2001.9.25)

(51) Int.Cl.7		識別記号	FΙ			テーマコー	片(参考)
B01D 6	33/02		B01D 6	3/02		3 L	.113
D02J 1	13/00	•	D02J 1	3/00	:	Z 4 D	0006
F 2 6 B	5/12	•	F26B !	5/12		4 I	036
	9/00		,	9/00	4	A.	
			審查請求	未請求	請求項の数7	OL	(全 4 頁)
(21)出願番号		特顧2000-81532(P2000-81532)	(71)出顧人	0000031	.59		
				東レ株式	式会社		
(22)出顧日		平成12年3月23日(2000.3.23)		東京都中	中央区日本橋室	72丁目	2番1号
			(72)発明者	松本 2	宏		
				滋賀県	大津市園山1丁	11番1	号 東レ株
				式会社社	<b>必賀事業場内</b>		
			(72)発明者	雲 一	鈋		
				滋賀県	大津市園山1丁	月1番1	号 東レ株
				式会社	<b>效</b> 質事業場内		
			Fターム(参	<b>泽</b> ) 3L1	113 AA02 AB02 A	1064 DA0	4
				4D0	006 GA01 HA02 I	MAO1 MC1	1 MC23
					MC37 MC62X	NA64 PB	02
					PB09		

# (54) 【発明の名称】 中空糸束の乾燥方法および乾燥装置 (57)【要約】

【課題】中空糸束をモジュール化する前工程について、 中空糸束端部が含有する水分を端部のみを選択的かつ効 率よく乾燥せしめることを目的とする。

【解決手段】中空糸束と、上記糸束を格納する格納する 少なくとも一方が開口し、かつ、上記開口部とは別に通 気口を有する筒状体からなり、通気管に上記通気口を接 続して上記筒状体の開口部と通気口とに通気せしめるこ とを特徴とする中空糸束の乾燥方法。



4L036 AA01 MA04 MA19 PA18 UA25

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】中空糸束を格納する少なくとも一端が開口 し、かつ、上記開口部とは別に通気口を有する筒状体 の、上記通気口に通気管を接続して上記筒状体の開口部 と通気口とに通気せしめることを特徴とする中空糸束の 乾燥方法。

【請求項2】中空糸束を格納する少なくとも一端が開口し、かつ、上記開口部とは別に通気口を有する筒状体の、上記通気口に通気管を接続して上記筒状体の通気口から吸引通気せしめ開口部から排気することを特徴とする中空糸束の乾燥方法。

【請求項3】上記筒状体が中空糸モジュールのケーシングであることを特徴とする請求項1または2に記載の中空糸束の乾燥方法。

【請求項4】中空糸束を格納する少なくとも一端が開口し、かつ、上記開口部とは別に通気口を有するとともに、上記開口部の一部を閉塞する部材を設けた筒状体の、上記通気口に通気管を接続して上記筒状体の開口部と通気口とに通気せしめることを特徴とする中空糸束の乾燥方法。

【請求項5】中空糸束を格納する少なくとも一端が開口し、かつ、上記開口部とは別に通気口を有するとともに、上記開口部の一部を閉塞する部材を設けた筒状体の、上記通気口に通気管を接続して上記筒状体の通気口から吸引通気せしめ開口部から排気することを特徴とする中空糸束の乾燥方法。

【請求項6】上記筒状体が中空糸モジュールのケーシングであることを特徴とする、請求項4または5に記載の中空糸束の乾燥方法。

【請求項7】中空糸束を格納する少なくとも一端が開口し、かつ、上記開口部とは別に通気口を有する筒状体において、上記通気口に連結する通気管と、上記通気管を介して上記通気口に気体を送風および/または吸引する機構とを有することを特徴とする中空糸束の乾燥装置。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、中空糸束をモジュール化する前工程について、中空糸束端部が含有する水分を端部のみを選択的かつ効率よく乾燥させることが可能な中空糸束の乾燥方法および乾燥装置を提供するものである。

#### [0002]

【従来の技術】従来より中空糸モジュールは人工腎臓、 人工肝臓、人工肺、血漿分離、限外濾過、浄水器、等に 広く利用されており、幾多の実施形態と多種多様の用途 に関して公知である。

【0003】中空糸を複数本束ねて中空糸束となしモジュール化するにあたっては、中空糸束端部を樹脂でケーシングに固定する製造方法が一般的である。この時、中空糸束が含有する水分と上記樹脂とが無用の反応を起こ

さないように、中空糸束の水分を適度に乾燥することが 要求される。

【0004】従来の乾燥方法としては、中空糸束を常温または乾燥空気の恒温室内に静置することが一般的である。しかしながら大量生産するには長時間を要するか、または大規模な乾燥恒温室が必要である。

【0005】上記を改善すべく特開平6-10208号公報に効率よく乾燥するための方法が記載されているが、上記方法では樹脂による固定とは関係がない中空糸東中央部をも乾燥する。糸束中央部を不必要に乾燥することは中空糸膜の孔構造に影響を及ぼし、透析または濾過に対して、期待する性能が得られないおそれがある。

【0006】端部のみを選択的に乾燥する方法については特開平4-256423号公報に記載されている方法があるが、シース両端部にカップリングを接続する必要がある。すなわち、カップリングはシース軸方向に退避してシースを待ち受けた後、シース到着を確認してからカップリングを移動させてシースに接続しなければならず、装置の機構は複雑となる。また、カップリング機能に対してシースの開口径が限定されてしまい、他品種量産の観点からは自由度に欠ける。

#### [0007]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記従来技術における課題を解決することを目的とし、中空糸束の端部を選択的かつ効率よく乾燥させることが可能な中空糸束の乾燥方法および乾燥装置を提供することを目的とする。

#### [0008]

【課題を解決するための手段】上記目的を達成すべく、 本発明者らが鋭意検討した結果、以下に示す本発明に到 達した。

【0009】すなわち、請求項1に記載の本発明の中空 糸束の乾燥方法は、中空糸束を格納する少なくとも一端 が開口し、かつ、上記開口部とは別に通気口を有する筒 状体の、上記通気口に通気管を接続して上記筒状体の開 口部と通気口とに通気せしめることを特徴としたもので ある。

【0010】上記開口部の位置により、上記中空糸束の端部をどれだけの長さだけ選択的に乾燥させるかを決定する。上記筒状体の開口部と上記通風口とは、一対一で対応することが望ましい。すなわち、上記筒状体の開口部が一つなら通風口も一つ、筒状体が両端に開口部を有すれば、通風口は二カ所が望ましい。

【0011】請求項2に記載の本発明の中空糸束の乾燥 方法は、中空糸束を格納する少なくとも一端が開口し、 かつ、上記開口部とは別に通気口を有する筒状体の、上 記通気口に通気管を接続して上記筒状体の通気口から吸 引通気せしめ開口部から排気することを特徴としたもの である

【0012】上記通風口から乾燥気体を吸引すること

で、上記筒状体開口部から通風口へと乾燥気体を通風させた方が、上記中空糸束の端部を選択的に乾燥させることをより確実に実施できる。

【0013】請求項3に記載の本発明の中空糸束の乾燥 方法は、上記筒状体が中空糸モジュールのケーシングで あることを特徴としたものである。

【0014】中空糸モジュールのケーシングを乾燥の筒 状体として用いれば、速やかに次工程へと移行でき、製 造工程を簡素化することができる。すなわち、上記ケー シングの第一流体口を開口部とし、第二流体口を通風口 とする。

【0015】請求項4に記載の本発明の中空糸束の乾燥方法は、中空糸束を格納する少なくとも一端が開口し、かつ、上記開口部とは別に通気口を有するとともに、上記開口部の一部を閉塞する部材を設けた筒状体の、上記通気口に通気管を接続して上記筒状体の開口部と通気口とに通気せしめることを特徴としたものである。

【0016】上記筒状体の開口部における中空糸束以外の空隙を上記部材により閉塞することによって、乾燥気体がバイパスしてしまうことを防止し、乾燥気体を確実に中空糸束における中空糸の間隙を通風させることができる。

【0017】請求項5に記載の本発明の中空糸束の乾燥 方法は、中空糸束を格納する少なくとも一端が開口し、 かつ、上記開口部とは別に通気口を有するとともに、上 記開口部の一部を閉塞する部材を設けた筒状体の、上記 通気口に通気管を接続して上記筒状体の通気口から吸引 通気せしめ開口部から排気することを特徴としたもので ある。

【0018】請求項6に記載の本発明の中空糸束の乾燥 方法は、上記筒状体が中空糸モジュールのケーシングで あることを特徴としたものである。

【0019】請求項7に記載の本発明の中空糸束の乾燥 装置は、中空糸束を格納する少なくとも一端が開口し、 かつ、上記開口部とは別に通気口を有する筒状体におい て、上記通気口に連結する通気管と、上記通気管を介し て上記通気口に気体を送風および/または吸引する機構 とを有することを特徴としたものである。

【0020】通気口の形状を一定としておけば、中空糸束の直径に影響されず、通気口連結機構の形状を変更せずに乾燥を続けられるため、多品種量産に適している。

#### [0021]

【発明の実施の形態】次に、本発明の実施例を図面を用いて詳細に説明する。なお、本実施例は本発明の形態を制限するものではない。

【0022】図1は本発明の中空糸束乾燥方法の一例を示す概略図である。

【0023】図1において、2は、中空糸東1を格納する円筒体であり、該円筒体の長軸方向両端部には開口部3、3<sup>1</sup>がそれぞれ設けられている。また、該筒状体の

両端部近傍における側面部に通気口4、4′がそれぞれ 設けられている。該通気口4、4′にはさらに、該通気 口4、4′を連通する通気管5が着脱自在に取り付けら れている。なお、通気管5にはそれぞれの通気口4、 4′を連通する配管の途中で乾燥気体を内部に導入、あ るいは外部に排出する気体導排出口6が設けられてい る。

【0024】通気管5の通気ロ4、4′への差込口は、通気口4、4′と同じ間隔で製作しておくことにより、生産工程において円筒体2を乾燥装置に設置する時、通気管5に対して通気口4、4′を差し込むだけで良いので、通気管5は可動式とする必要がない。

【0025】中空糸東1の乾燥に供する気体は、通気管5の気体導排出口6から通気口4、4′に送り込まれ、中空糸東1内を通過して、開口部3に排出される。または、開口部3から中空糸東1内を通過して、通気口4、4′から通気管5に吸引され、気体導排出口6から排出される。上記により、乾燥に供する気体を効率的に中空糸束1の端部のみに通過させることができる。

【0026】上記において、中空糸東1の直径に対して 開口部3の直径が大きいと、乾燥気体が中空糸東1の側 面を通過してしまい、効率的乾燥が実現できない。よっ て、図2に示すとおり、中空糸東1と開口部3、3'と の隙間を閉塞する閉塞部材7,7'を用いて、乾燥気体 のパイパスを防止するも可能である。

【0027】中空糸東1の素材としてはセルロース、ポリメチルメタアクリレート、ポリプロピレン、ポリサルフォン等が挙げられる。円筒体2、閉塞する部材7の素材については、耐久性を求めるならば鋼材を用い、軽量性を求めるならば樹脂を用いることができる。

【0028】乾燥気体は中空糸束素材、求める乾燥効果によって異なるが、中空糸に求める濾過または透析性能を損なわない温度および湿度とすることが好ましい。

【0029】なお、筒状体として図3に示すように、中空糸モジュールケーシング8を用いてもよい。また、図3の装置に示すように、さらに閉塞部材7、7'を用いたものであってもよい。

【0030】また、開口部3、3<sup>1</sup> はどちらか一方が閉塞されたものであってもよい。

#### [0031]

#### 【実施例】実施例1

図3を用いて説明する。グリセリン水溶液を含有するポリサルフォン製中空糸14,688本を長さ248mmに切りそろえ、直径45mmの中空糸束1を形成した。上記中空糸束1を、内径46.5mm、開口径の52mmの中空糸モジュールケーシング8に挿入した。さらに、上記ケーシングの開口部3、3′に、ケーシング開口部3、3′の一部を閉塞するための部材7、7′を取り付けて、開口部3、3′の口径を、上記中空糸束直径と同じ45mmとした。そして温度40±2℃、湿度5

 $\pm 3\%$ の乾燥雰囲気に静置した上で、通気管 5 に設けた気体導排出口 6 から吸引して乾燥したところ、12 分間の吸引で平均 8 . 8 g (n=3) の乾燥量を得た。吸引風速から算出した風量は、12 分間で 12 . 5  $m^3$  であった。すなわち、1 g の乾燥量を得るために、1 . 4  $m^3$  の乾燥空気を要した。

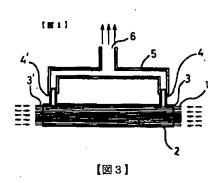
#### 比較例

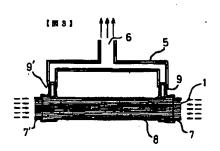
図4を用いて説明する。実施例1と同様に作成した中空 糸束1を中空糸モジュールケーシング8に挿入して、上 記ケーシングの両端から温度40±2℃、湿度5±3% の乾燥空気を毎分2.4 $m^3$ 吹き付けたたところ、11 分間の吹きつけで平均10.0g(n=4)の乾燥量を 得た。すなわち、1gの乾燥量を得るために、2.6mg0 乾燥空気を要した。

#### [0032]

【発明の効果】以上より本発明によれば、中空糸束と、上記糸束を格納する格納する少なくとも一方が開口し、かつ、上記開口部とは別に通気口を有する筒状体からなり、乾燥雰囲気内にて上記筒状体の開口部と通気口とに通気せしめることを特徴とする中空糸束の乾燥方法を用いることにより、中空糸束の端部を選択的かつ効率的に乾燥するという効果を奏する。さらに好ましくは、実施

【図1】





例が示すとおり、筒状体開口径と中空糸束直径とは同一 もしくは近似せしめた方が効果的である。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の中空糸束乾燥方法の一例を示す概略図である。

【図2】本発明の中空糸束乾燥方法であって、筒状体開口部の一部を閉塞する部材をつけた場合の例を示す概略 図である。

【図3】本発明の中空糸束乾燥方法であって、筒状体と して中空糸モジュールケーシングを用いた場合の例を示 す概略図である。

【図4】比較例に用いた装置の概略図である。

#### 【符号の説明】

1:中空糸束

2: 筒状体

3、3':開口部 4、4':通気口

5:通気管

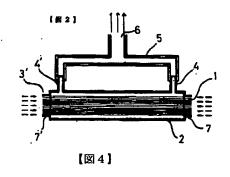
6: 気体導排出口

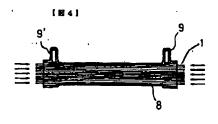
7、7':閉塞する部材

8:中空糸モジュールケーシング

9、9':第2流体口

【図2】





# (19)日本国特許庁 (JP) (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号 特開2003-284931 (P2003-284931A)

(43)公開日 平成15年10月7日(2003.10.7)

(51) Int.Cl.7		識別記号	ř I		Ť	-7]-}*(参考)
B01D	69/08		B01D	69/08		3 L 1 1 3
A 6 1 M	1/18	500	A 6 1 M	1/18	500	4 C 0 7 7
F 2 6 B	3/347		F 2 6 B	3/347		4D006
	25/00			25/00	Α	

# 審査請求 未請求 請求項の数10 OL (全 12 頁)

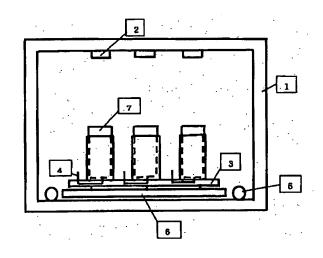
(21)出顧番号	特顧2002-87779( P2002-87779)	(71)出顧人	000116806 旭メディカル株式会社	
(22)出顧日	平成14年3月27日(2002.3.27)	東京都千代田区神田美土代町9番地1		
		(72)発明者 大石 輝彦 宮崎県延岡市旭町4-3400-1 旭メデ カル株式会社内		
		(72)発明者	<ul><li>緒方 益次郎</li><li>宮崎県延岡市旭町4-3400-1 旭メディカル株式会社内</li></ul>	
		(74)代理人	100090941 弁理士 藤野 清也 (外2名)	

# (54) 【発明の名称】 中空糸膜の乾燥装置

### (57)【要約】

【課題】 糸束状に製束された湿潤膜をマイクロ波照射 により複数束同時に乾燥するための装置において、全て の糸束を均一に乾燥できる装置を提供する。

【解決手段】 容器内に、マイクロ波照射手段と、糸束 を固定し搬入・搬出する手段と、誘電体損失係数が1~ 50である液体を通過させる手段とを有することを特徴 とする中空糸膜の乾燥装置。



最終質に続く

#### 【特許請求の範囲】

【請求項1】 糸束状に製束された湿潤膜を乾燥するための装置であって、容器内にマイクロ波照射手段と、糸束状に製束された湿潤膜を固定し搬入・搬出する手段と、容器内に誘電損失係数が1~50である液体を通過させる手段とを有することを特徴とする中空糸膜の乾燥 装置

【請求項2】 容器内の金属部位あるいは金属部位の周辺に誘電損失係数が1~50である液体を通過させるための配管を有することを特徴とする請求項1記載の装置。

【請求項3】 マイクロ波照射手段が複数存在することを特徴とする請求項1または2に記載の装置。

【請求項4】 糸束に通風する手段を有することを特徴とする請求項1~3のいずれかに記載の装置。

【請求項5】 糸束状に製束された湿潤膜を固定し搬入・搬出する手段を回転させる手段をさらに有することを特徴とする請求項1~4のいずれかに記載の装置。

【請求項6】 容器がマイクロ波遮断機能を有すること を特徴とする請求項1~5のいずれかに記載の装置。

【請求項7】 容器内の温度を一定に保つ温度制御手段をさらに有することを特徴とする請求項1~6のいずれかに記載の装置。

【請求項8】 容器内の気体を循環する手段をさらに有することを特徴とする請求項1~7のいずれかに記載の 装置。

【請求項9】 容器内の気体を外部の気体と置換する手 段をさらに有することを特徴とする請求項1~8のいず れかに記載の装置。

【請求項10】 中空糸膜が中空糸状血液浄化膜である 請求項1~9のいずれかに記載の装置。

#### 【発明の詳細な説明】

#### [0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、中空糸膜の乾燥装置に関するものである。より詳細には、本発明は、糸束状に製束された湿潤膜をマイクロ波照射により複数束同時に乾燥するための装置であって、照射炉内の局所的な温度上昇による一部の糸束の性能不良を防ぎ、且つ全ての糸束を均一に乾燥することを目的とした乾燥装置に関する。

#### [0002]

【従来の技術】近年、選択的な透過性を有する膜を利用する技術がめざましく進歩し、これまでに気体や液体の分離フィルター、医療分野における血液透析器、血液濾過器、血液成分選択分離フィルター等の広範な分野での実用化が進んでいる。 該膜の材料としては、セルロース系(再生セルロース系、酢酸セルロース系、化学変性セルロース系等)、ポリアクリロニトリル系、ポリメチルメタクリレート系、ポリスルホン系、ポリエチレンビニルアルコール系、ポリアミド系等のポリマーが用いられ

てきた。このうちポリスルホン系ポリマーは、その熱安 定性、耐酸、耐アルカリ性に加え、製膜原液に親水化剤 を添加して製膜することにより、血液適合性が向上する ことから、半透膜素材として注目され研究が進められて きた。

【0003】一方、膜を接着してモジュールを作製するためには膜を乾燥させる必要があるが、有機高分子よりなる多孔膜、なかでもポリスルホン系等の疎水性ポリマーからなる透析膜、限外濾過膜は、製膜後に乾燥させると乾燥前に比べ著しく透水量が低下することが知られている。そのため膜は常に湿潤状態か、水に浸漬させた状態で取り扱う必要があった。

【0004】この対策として従来からとられてきた方法は、製膜後、乾燥前にグリセリン等の低揮発性有機液体を多孔膜中の空孔部分に詰めておくことであった。しかしながら、低揮発性有機液体は、一般に高粘度なため、洗浄除去に時間がかかり、膜をモジュール成型して洗浄後も微量ではあるが低揮発性有機液体由来の溶出物等

(低揮発性有機液体と化学反応して生成した様々な誘導体)がモジュール封入液中にみられることに問題があった。

【0005】低揮発性有機液体を用いずに乾燥させる方法として、特開平6-277470号公報には、低揮発性有機液体の代わりに塩化カルシウム等の無機塩を用いる方法が示されているが、洗浄除去する必要性に変わりはない。また、微量であるとしても残存した無機塩が透析患者に与える悪影響が危惧される。

【0006】また、膜の乾燥方法として、特開平11-332980号公報には、中空糸膜に対し水蒸気による湿熱処理を行いながらマイクロ波を照射する中空糸膜の製造方法が示されている。しかし、乾燥でありながら膜の変形を防ぐために水蒸気処理していることから乾燥時間を長くする欠点があり、さらに、グリセリン等の低揮発性有機液体を付着させてからの乾燥であることから、膜からの溶出物を低減させるという目的は達成されない

【0007】特開平8-52331号公報及び特公平8-9668号公報には、低揮発性有機液体を用いずに乾燥処理をしたポリピニルピロリドンを含む親水化膜が開示されている。これらには、血液から血漿成分を分離する性能が記載されているが、血漿タンパクが透過することから透析膜としては有効でないことが分かる。また、ポリビニルピロリドンを分解・変性させる温度で乾燥していることから、膜からの溶出物を低減させるという目的においては極めて好ましくない製法である。

【0008】また、特開平6-296686号公報には 血液が直接接触する膜内表面でのポリビニルピロリドン の存在率を20~50%程度にした中空糸膜が開示され ている。これは主に血液タンパク、血小板等の付着物を 少なくするための湿潤膜を示すものである。従って、血 液タンパクが付着しにくいことから濾液速度の経時変化が起こりにくいことが示されているが、アルブミンの透過性が低い等の透析性能についての記載は一切無い。

【0009】本発明者は、特定の性能を有する湿潤膜を グリセリン等の低揮発性有機液体を含浸せずに乾燥して 高性能な血液浄化膜を製造する方法を提案して特許出願 した(特願2001-22246号)。しかし、その後 の検討の結果、糸束状にして乾燥した場合、糸束の中心 部と外周部の膜とでは若干の性能差が生じることが明ら かとなった。

【0010】そこで本発明者は、糸束内の性能差を改善した血液浄化膜を製造する方法を提案して特許出願した(特願2001-309673号、特願2001-309674号、特願2001-309675号)。しかし、本発明者らのその後のさらなる検討の結果、複数の糸束を同時に乾燥するためにマイクロ波照射装置(照射炉)をスケールアップした場合には、これらの方法によっても、糸束の局所的な温度上昇が起こり、一部の糸束が性能不良となることが明らかとなった。

#### [0011]

【発明が解決しようとする課題】本発明の課題は、糸束状に製束された湿潤膜をマイクロ波照射により複数同時に乾燥するための中空糸膜の乾燥装置であって、照射炉内の局所的な温度上昇による一部の糸束の性能不良を防ぎ、且つ全ての糸束を均一に乾燥することを目的とした乾燥装置を提供することにある。

#### [0012]

【課題を解決するための手段】以上の如くモジュールからの溶出物の原因となる膜孔保持剤を用いずに乾燥した透析性能を有する血液浄化用乾燥膜は本発明者等の出願発明(特願2001-22246号)までなかった。その原因は、膜孔保持剤を用いずに乾燥させると、湿潤状態とは全く異なった低性能の膜となることであった。そこで、本発明者等は、前期出願により、あらかじめ目標とする性能よりも高透水量で大孔径である特定の性能を有する湿潤膜を作製しておき、これを乾燥・収縮させて目標の透析性能を有する膜を製造するというこれまでにない、誰も思いつかなかった発想に基づき鋭意研究を進めた結果、溶出物が極めて少なく、血液タンパクや血小板の付着が少ない選択透過性に優れた透析性能を有する膜を得る方法を提供した。

【0013】その後、さらに研究を進めたところ、本発明者らは、特願2001-22246号の方法によって血液浄化膜を製造する際、湿潤膜を糸束状にして乾燥すると、糸束の中心部と外周部の膜とでは、透水量や透過性能にばらつきが生じることを発見した。そこで、ばらつきをなくすために鋭意研究した結果、乾燥工程を工夫することで、ばらつきが抑えられることを見出し新たに特許出願した(特願2001-309673号、特願2001-309675

号)。

【0014】ところが、その後の検討の結果、複数の糸 束を同時に乾燥するためにマイクロ波照射装置をスケー ルアップした結果、性能不良となる糸束が発生した。原 因は明確ではないが、スケールアップにより糸束を固定 するために用いられるトレーを構成している金属部材が 加熱・放電することによって照射炉内の糸束の一部が急 **谏に温度上昇し、性能不良となることが推測される。ト** レーは、照射炉内への糸束の出し入れにも用いられるた め、金属を用いずに、例えばプラスチックのみで作製す ることは、機械的強度が低下するために困難である。そ こで、金属部材の加熱・放電を防ぐために鋭意研究した 結果、糸束中の水分子の振動(水分子の加熱)に用いら れる以外の余剰なマイクロ波を効率良く除去する流体 (液体) を照射炉内、特に金属部材あるいはその周辺に 通過させることで糸束の一部の局所的な温度上昇を抑え られることを見出し本発明に至ったものである。

【0015】すなわち本発明は、(1)糸束状に製束された湿潤膜を乾燥するための装置であって、容器内にマイクロ波照射手段と、糸束状に製束された湿潤膜を固定し搬入・搬出する手段と、容器内に誘電損失係数が1~50である液体を通過させる手段とを有することを特徴とする中空糸膜の乾燥装置、(2)容器内の金属部位あるいは金属部位の周辺に誘電損失係数が1~50である液体を通過させるための配管を有することを特徴とする上記(1)記載の装置、(3)マイクロ波を照射する手段が複数存在することを特徴とする上記(1)または

(2)に記載の製造装置、(4)糸束に通風する手段を有することを特徴とする(1)~(3)のいずれかに記載の製造装置、(5)糸束を固定し出し入れするために用いられる手段を固定して、さらに回転させる手段を有することを特徴とする(1)~(4)のいずれかに記載の製造装置、(6)容器がマイクロ波を遮断する機能を有することを特徴とする(1)~(5)のいずれかに記載の製造装置、(7)容器が容器内の気体の温度を一定に保つ機能を有することを特徴とする(1)~(6)のいずれかに記載の製造装置、(8)容器が容器内の気体を循環する機能を有することを特徴とする(1)~

(7) のいずれかに記載の製造装置、(9) 容器が容器 内の気体を外部の気体と入れ換える機能を有することを 特徴とする(1)~(8) のいずれかに記載の製造装 置、及び(10) 中空糸膜が中空糸状血液浄化膜である 上記(1)~(9) のいずれかに記載の装置、に関する ものである。

#### [0016]

【発明の実施の形態】本発明は、中空糸状血液浄化膜の 乾燥装置に限られるわけではないが、以下には、本発明 の中空糸状血液浄化膜(以下単に「膜」又は「中空糸状 膜」ともいう)の乾燥装置について説明する。本発明の 乾燥装置を用いて製造される中空糸状血液浄化膜は、膜 孔保持剤を含まないことが好ましいが、それに限られる わけではない。

【0017】以下には、本発明の乾燥装置を用いて乾燥 される中空糸状血液浄化膜の製造方法をまず説明する。 本発明の中空糸状血液浄化膜の製造方法は、高透水量で 大きな孔径の湿潤膜をあらかじめ製造しておき、脱溶剤 後に膜孔保持剤を含浸させずに乾燥させることに特徴を 有する。

【0018】通常、中空糸状血液浄化膜を製造する際に 用いられる膜孔保持剤には、粘性を有する有機物と人体 への毒性が懸念される無機物に分類される。粘性を有す る有機物からなる膜孔保持剤は、粘性が高いために完全 に洗浄除去することが困難であることから、膜中に残存 して膜からの溶出量を増加させ、さらに残存した膜孔保 持剤と化学反応して有害物を生じる原因と成り得る。一 方、無機物からなる膜孔保持剤においても、微量に残存 するため透析患者に与える悪影響が危惧される。

【0019】本発明でいう膜孔保持剤とは、乾燥時の性 能低下を防ぐために乾燥前までの製造過程で膜中の空孔 部分に詰めておく物質である。膜孔保持剤を含んだ溶液 に湿潤膜を浸漬することによって膜中の空孔部分に該保 持剤を詰めることが可能である。乾燥後も膜孔保持剤を 洗浄・除去さえすれば、膜孔保持剤の効果により湿潤膜 と同等の透水量、阻止率等の性能を保持することが可能 である。

透過率 (%) = (濾液の吸光度) ×100/(元液の吸光度)

【0023】ポリビニルピロリドンの透過率は、濾過す る水溶液を3重量%のポリビニルピロリドン(BASF 社製 K30、重量平均分子量40,000)のリン酸 バッファー (0. 15mol/リットル、pH7. 4) 水溶液にして、モジュールの入り圧と出圧の平均圧力を 200mmHgにした以外は、牛血漿アルブミンの透過 率の測定と同様な操作を行うことにより求められる。

【0024】高透水量で大きな孔径の湿潤膜は、ポリス ルホン系ポリマー(以下単に「ポリマー」ともいう)、 ポリビニルピロリドン、及び溶剤からなる製膜原液を、 内部液とともに2重環状ノズルから吐出させ、エアギャ ップを通過させた後、凝固浴で凝固させる製造方法にお いて、内部液にポリマーの溶剤の水溶液を用いることに

$$-O-Ar-C$$
  $(CH_3)_2-Ar-C$ 

【0027】ポリビニルピロリドンは高分子量のものほ ど膜への親水化効果が高いため、高分子量のものほど少 量で十分な効果が発揮できることから、本発明において は重量平均分子量900、000以上のポリビニルピロ リドンが使用される。900,000より小さい重量平 均分子量を有するポリビニルピロリドンを用いて膜への 親水化効果を付与するためには大量のポリビニルピロリ ドンを膜中に残存させる必要があるが、このために膜か らの溶出物が増加することになる。また、逆に溶出物を

【0020】膜孔保持剤としては、エチレングリコー ル、プロピレングリコール、トリメチレングリコール、 1, 2-プチレングリコール、1, 3-プチレングリコ ール、及び蔗糖脂肪酸エステル等の有機化合物および塩 化カルシウム、炭酸ナトリウム、酢酸ナトリウム、硫酸 マグネシウム、硫酸ナトリウム、塩化亜鉛等の無機塩を 挙げることができる。

【0021】また、本発明において、高透水量で大きな 孔径の湿潤膜とは、透水量が100mL/(m²・hr ・mmHg)以上であって、重量平均分子量40,00 0のポリビニルピロリドンの透過率が75%を超え、且 つ牛血漿系におけるアルプミンの透過率が0.3%以上 である性能を有する湿潤膜を意味する。

【0022】牛血漿アルブミンの透過率は、以下のよう な方法で測定することが可能である。まず、長さ20 c mの中空糸状膜を100本束ねて小型モジュールを作製 する。このモジュールに37℃に加温したヘパリン添加 牛血漿(ヘパリン5000 IU/I、タンパク濃度6. 0g/dL(デシリットル))を膜内表面側に線速1. 0 c m/秒で通過させ、モジュールの入り圧と出圧の平 均圧力50mmHgにて30分間限外濾過を行なう。得 られた濾液と元液の濃度の測定は、紫外分光光度計によ り280nmの波長にて測定し、下記の式(1)に代入 して透過率を算出する。

#### (1)

より製造可能である。

【0025】内部液は、膜の中空部と内表面を形成させ るものであるが、内表面の孔径は、内部液中の溶剤濃度 に比例して大きくなることが判っている。本発明では、 湿潤膜を乾燥収縮させることにより目標の性能の透析膜 が得られることから、内部液中の溶剤濃度を、目標とす る透析性能を有する湿潤膜を製造する時に比べて、高濃 度にする必要がある。

【0026】本発明で用いられるポリスルホン系ポリマ ーとしては、下記の式(2)、または式(3)で示され る繰り返し単位を有するものが挙げられる。なお、式中 のArはパラ位での2置換のフェニル基を示し、重合度 や分子量については特に限定しない。

$$-O-Ar-C(CH_3)_2-Ar-O-Ar-SO_2-Ar-$$
 (2)

(3)

下げるために900,000より小さい重量平均分子量 のポリピニルピロリドンの膜中での残存量を少なくする と親水化効果が不十分となってしまい、その結果血液透 析を行ったとき濾過速度の経時的低下をきたし十分な効 果を発揮できない。

【0028】また、ポリスルホン系ポリマーとポリビニ ルピロリドンの溶解に用いられる溶剤は、これら両方を 共に溶解するものであり、N-メチル-2-ピロリド ン、N, Nージメチルホルムアミド、N, Nージメチル アセトアミド等である。

【0029】製膜原液中のポリマー濃度は、製膜可能で、かつ得られた膜が膜としての性能を有するような濃度の範囲であれば特に制限されず、5~35重量%、好ましくは10~30重量%である。高い透水性能を達成するためには、ポリマー濃度は低い方がよく、10~25重量%が好ましい。

【0030】さらに重要なことはポリビニルピロリドンの添加量であり、ポリマーに対するポリビニルピロリドンの混和比率が27重量%以下、好ましくは10~27重量%、さらに好ましくは20~27重量%である。ポリマーに対するポリビニルピロリドンの混和比率が27重量%を超えると溶出量が増える傾向にあり、また10重量%未満では製膜原液の粘性が低いためにスポンジ構造の膜を得ることが困難である。また、原液粘度、溶解状態を制御する目的で、水、貧溶剤等の第4成分を添加することも可能であり、その種類、添加量は組み合わせにより随時行なえばよい。

【0031】凝固裕としては、例えば水;メタノール、エタノール等のアルコール類;エーテル類; nーへキサン、nーヘプタン等の脂肪族炭化水素類などポリマーを溶解しない液体が用いられるが、水が好ましい。また、凝固裕にポリマーを溶解する溶剤を若干添加することにより凝固速度をコントロールすることも可能である。凝固裕の温度は、-30~90℃、好ましくは0~90℃、さらに好ましくは0~80℃である。凝固裕の温度が90℃を超えたり、-30℃未満であると、凝固裕中の中空糸状膜の表面状態が安定しにくい。

【0032】脱溶剤洗浄後の乾燥は、中空糸状膜を多数 をいう。 含水率 (%) = (A-B) × 100/B

さらに、糸束の中心部と外周部の乾燥速度の差をなくすために、糸束内には40℃を超えない温度の除湿気体を通風することが好ましい。糸束内に通風するとは中空糸状膜間に風を流すことを意味する。本発明において、40℃以上120℃以下の温度の除湿気体を糸束内に通風することは、糸束内に通風すると同時に糸束に対し加熱乾燥を行なっていることを意味する。

【0036】本発明において、糸束へのマイクロ波照射は、密閉された照射炉内(容器内)で複数束同時に行なわれる。糸束は金属部材と非金属(例えばプラスチック)からなるトレー上に固定させる。マイクロ波は糸束中の水分子の振動(水分子の加熱)に消費させるが、一方で余剰のマイクロ波は金属部材の加熱・放電の原因となる。この加熱・放電が糸束の局所的な温度上昇を引き起こし、糸束の一部の性能不良の原因となる。性能不良を無くすために、本発明ではマイクロ波の吸収力の高い液体を照射炉内設置した配管内に流すことによって余剰のマイクロ波を取り除くことを可能とした。

【0037】マイクロ波の吸収力は誘電損失係数の大き さに比例することから、誘電損失係数の大きな液体を流 本東ねた糸束の形態(以後、単に『糸束』と呼ぶ)にて、十分に湿潤している糸束にマイクロ波照射することにより行なわれる。しかしながら、マイクロ波照射は低合水率の糸束をより均一に乾燥するのに適していることから、過加熱による膜の変形・溶融を防ぐために、糸束の平均含水率が20~70%、より好ましくは50~70%になる時点でマイクロ波照射の出力を低下させるのが好ましい。

【0033】さらに、糸束の平均含水率が20~70%、好ましくは50~70%になる時点での該糸束の中心部と外周部における膜の含水率の差が5%以内であることが、性能のばらつきを抑えるために好ましい。乾燥の時、糸束内に通風を行なうことによって、糸束の中心部と外周部における膜の含水率の差を5%以内にすることが可能である。ここで、糸束の中心部とは、糸束の円形状断面において中心点から直径の1/6の範囲をいう。また、糸束の外周部とは、糸束の円形状断面において外周から直径の1/6の範囲をいう。

【0034】また、同様な理由から、乾燥開始時における糸束についても、糸束の中心部と外周部における膜の含水率の差が10%以内であることが好ましい。脱溶剤後糸束を放置しておくと、糸束の中心部と外周部の含水率には差が生じるために、乾燥工程に入る直前に糸束を再度水中に浸漬することにより糸束中心部と外周部の含水率の差を10%以内にすることが可能である。

【0035】ここで、含水率とは、乾燥前の糸束(又は膜)の重量(A(g))と乾燥糸束(又は膜)の重量(B(g))から(4)式により計算で求められるものをいう。

$$) \times 100/B$$
 (4)

すことが好ましく、誘電損失係数の値が1~50である 液体であることが好ましい。 誘電損失係数が1未満では マイクロ波の吸収力が低いために好ましくなく、50を 超える液体は過冷却状態の水等であり、実用的でない。 【0038】本発明における誘電損失係数とは、2,4 50MHz (メガヘルツ) の周波数で測定された物質の 比誘電率と誘電正接の値の積を意味する。誘電損失係数 が1~50の液体としては、水;メチルアルコール、エ チルアルコール等のアルコール類;エチレングリコー ル、プロピレングリコール、トリメチレングリコール、 1, 2-プチレングリコール、1, 3-プチレングリコ ール、2-ブチン-1、4-ジオール、2-メチルー 2. 4ーペンタジオール、2ーエチルー1, 3ーヘキサ ンジオール、グリセリン、テトラエチレングリコール、 ポリエチレングリコール200、ポリエチレングリコー ル300、ポリエチレングリコール400等のグリコー ル系又はグリセロール系化合物を挙げることができるが 水が最も好ましい。

【0039】本発明において導液管とはマイクロ波の照 射源を意味する。導波管は糸束の数に比例して複数用い ることが好ましい。また、マイクロ波の出力は高いこと が好ましいが、乾燥させる膜の量及び含水率により最適 値は異なる。

【0040】乾燥後の膜に電子線及びγ線等の放射線を照射することにより、膜中のPVPの一部を水に不溶化できることから、膜からの溶出量をより低減することが可能である。放射線の照射は、モジュール化前又はモジュール化後のどちらでも良い。また、膜中の全PVPを不溶化してしまうと、溶出量を低減できる一方で、透析時にロイコペニア症状が観察されることから好ましくない。

【0041】本発明でいう水に不要であるPVPとは、膜中の全PVP量から水に可溶であるPVP量を差し引いたものである。膜中の全PVP量は、窒素及びイオウの元素分析により容易に算出することができる。また、水に可溶であるPVP量は、以下の方法により求めることができる。膜をNーメチルー2ーピロリドンで完全に溶解した後、得られたポリマー溶液に水を添加してポリスルホン系ポリマーを完全に沈殿させる。さらに該ポリマー溶液を静置した後、上澄み液中のPVP量を液体クロマトグラフィーで定量することにより水に可溶であるPVPを定量することができる。

【0042】本発明の乾燥装置は、特に、糸束状に製束 された膜孔保持剤を含まない湿潤膜を複数同時に乾燥す るのに適する装置であって、本装置を用いて得られた膜

B  $(mL/\Re) = 0.636A + 29.99$ 

ここで、β2-ミクログロブリンのクリアランスは、
1.5 m²の有効膜面積のモジュールに、血液流量200mL/分(膜内表面側)、透析液流量500mL/分(膜外表面側)の条件下で日本人工臓器学会の性能評価基準に従い透析測定したものである。β2-ミクログロブリンのクリアランスは、透析患者の体力や病状及び病状の進行度に合わせて様々なものが要求されているが、ポリビニルピロリドンの透過率が75%を超えるとアルブミンの透過率が0.3%を超えてしまうことから、ポリビニルピロリドンの透過率は75%以下であることが必要である。

【0045】また、本発明により作られた膜は、膜孔保持剤を製造工程で使用していないことから、膜孔保持剤由来の溶出物は存在しない。従って、本発明の膜の溶出物試験液の吸光度は0.04未満であり、且つ該試験液中に膜孔保持剤を含まない。ここで、溶出物試験液とは、人工腎臓装置承認基準に基づき調整したものであり、2cmに切断した乾燥中空糸状膜1.5gと注射用蒸留水150mLを日本薬局方の注射用ガラス容器に入れ、70±5℃で1時間加温し、冷却後膜を取り除いた後蒸留水を加えて150mLとしたものを意味する。吸光度は220~350nmでの最大吸収波長を示す波長にて紫外吸収スペクトルで測定する。人工腎臓装置承認基準では

は、膜孔保持剤を含まない乾燥膜であって、純水の透水量が10~1,000mL/(m²·hr·mmHg)、重量平均分子量40,000のポリビニルピロリドンの透過率が75%以下で、且つ牛血漿系におけるアルブミンの透過率が0.3%未満であり、さらにそれぞれの性能のバラツキが小さいことを特徴とする中空糸状血液浄化膜である。

【0043】最近の血液透析療法では、透析アミロイド 病状の改善のために原因物質とされているβ2ーミクロ グロブリン(分子量:11,800)を十分に透過させ るが、アルブミン(分子量:67,000)はほとんど 透過させない分画性を有する膜が求められており、本発 明の膜は、牛血漿系におけるアルブミンの透過率が 0. 3%以下である。アルブミンの透過率が0.3%を超え ることは体内に有効なアルブミンを大きく損失すること を意味することから血液透析膜としては好ましくない。 【0044】また、純水の透水量が10mL/ (m²・ hr・mmHg) 以上の膜においては、ポリビニルピロ リドンの透過率 (A (%)) とβ2ーミクログロブリン のクリアランス(B(mL/分))とには下記の式 (5) に示す一次関数的な相関関係が存在する。クリア ランス評価には1.5 m²の有効膜面積を有する透析仕 様のモジュールに成形・加工することが必要であるが、

吸光度を0.1以下にすることが定められているが、本 発明の膜は膜孔保持剤を保持しないことから0.04未 満を達成することが可能である。また、膜孔保持剤の有 無については、該試験液を濃縮又は水分除去したものを ガスクロマトグラフィー、液体クロマトグラフィー、示 差屈折系、紫外分光光度計、赤外線吸光光度法、核磁気 共鳴分光法、及び元素分析等の公知の方法により測定す ることにより検知可能である。また、膜中に膜孔保持剤 を含むか否かについてもこれらの測定方法により検知可 能である。

本評価方法では簡易的に測定可能であり、クリアランス

【0046】本発明により作られた膜は、ポリスルホン系ポリマーとポリビニルピロリドンからなり、膜内表面におけるポリビニルピロリドンの濃度が30~45重量%である。膜の血液適合性に重要な因子は、血液が接する膜内表面の親水性であり、ポリビニルピロリドン(以下単に「PVP」ともいう)を含有するポリスルホン系膜では、膜内表面のPVP濃度が重要である。膜内表面のPVP濃度が低すぎると膜内表面が疎水性を示し、血漿タンパク質が吸着しやすく、血液の凝固も起こりやすい。すなわち、膜の血液適合性不良となる。逆に膜内表面のPVP濃度が高すぎると、PVPの血液系への溶出量が増加し本発明の目的や用途にとっては好ましくない結果を与える。従って、本発明での膜内表面のPVPの濃度は、30~40%の範囲であり、好ましくは33~

40%である。

【0047】膜内表面のPVP濃度は、エックス線光量 子スペクトル(X-ray Photoelectro n spectroscopy、以下XPS)によって 決定される。すなわち、膜内表面のXPSの測定は、試 料を両面テープ上に並べた後、カッターで繊維軸方向に 切開し、膜の内側が表になるように押し広げた後、通常

PVP 濃度 (重量%) =  $C_1M_1 \times 100$ / ( $C_1M_1 + C_2M_2$ )

ここで、C1: 窒素原子濃度(%)

C<sub>2</sub>: イオウ原子濃度(%)

M<sub>1</sub>: PVPの繰り返しユニットの分子量(111) M<sub>2</sub>: ポリスルホン系ポリマーの繰り返しユニットの分 子量(442)

【0048】次に本発明の乾燥装置の一例を、図面を参照して説明する。図1に示す乾燥装置は、容器(1)、マイクロ波照射手段(2)、糸束を固定し搬入・搬出する手段(3)、糸束通風手段(4)、誘電損失係数が1~50である液体を通過させる手段(5)、及び、糸束を固定し搬入・搬出する手段(3)を固定して回転させる回転手段(6)からなる。

【0049】糸束を固定し搬入・搬出するために用いられる手段(3)に固定された糸束(7)は、容器(1)内でマイクロ波照射手段(2)から照射されたマイクロ波により乾燥される。マイクロ波照射の間、通風手段(4)により除湿気体が糸束に流される。さらに容器内には、誘電損失係数が1~50である液体を通過させる手段(5)が設けられているので、余剰なマイクロ波が吸収されて局所的な温度上昇が防止される結果、全ての糸束を均一に乾燥することができる。

【0050】容器(1)は、さらに、(a)マイクロ波を遮断する機能、(b)容器内の温度を一定に保つ温度制御手段、(c)容器内の気体を循環する手段、及び(d)容器内の気体を外部の気体と置換する手段を有する。マイクロ波を遮断する機能は、糸束の乾燥にマイクロ波を有効に使用するだけでなく、作業者の安全上必要である。また、乾燥バッチ間の性能差を無くすためには、容器内の温度を一定に保つことが必要である。さらに、容器内の気体を循環及び外部と入れ換えることにより、乾燥効率を向上することが可能である。

【0051】マイクロ波照射手段(2)は、糸束(7)にマイクロ波を照射するために用いられるもので、形状、大きさは特に限定されないが、複数の糸束を均等に乾燥するためには、容器内に複数設置することが好ましい。糸束を固定し搬入・搬出するために用いられる手段(3)は、容器内での糸束の位置を固定して効率良く乾燥するために用いられるものである。さらに、固定・搬入・搬出手段(3)は、糸束の固定及び取り出しを容易にするために乾燥装置からの取り外しが可能である。糸束通風手段(4)は、糸束内に気体を通風するために用いられる。

の方法で測定する。すなわち、C1s、O1s、N1s、S2pスペクトルの面積強度から、装置付属の相対感度係数を用いて窒素の表面濃度(窒素原子濃度)とイオウの表面濃度(イオウ原子濃度)から求めた濃度をいうものであり、ポリスルホン系ポリマーが(2)式の構造であるときには(6)式により計算で求めることができる。

【0052】誘電損失係数が1~50である液体を通過させる手段(5)は、液体を流すことができる手段であればどのようなものでも良いが、内部に誘電損失係数が1~50である液体を通過させる非金属製の配管であることが好ましい。液体通過用の配管は、余剰のマイクロ波が、金属治具などの金属部材を加熱・放電しやすいの

(6)

液が、金属治具などの金属部材を加熱・放電しやすいので、照射炉内の金属部材あるいはその周辺に設けることが好ましい。糸束を固定し搬入・搬出する手段(3)を固定して、さらに回転させる手段(6)は、糸束へのマイクロ波照射をより均等にするために用いられる。回転

[0053]

は水平方向である。

【実施例】以下にこの発明の実施例を示すが、本発明 は、これに限定されるものではない。

(血小板粘着量の測定) 膜への血小板粘着量の測定は、 以下の操作手順で行った。長さ15cmの中空糸状膜を 10本東ねて小型モジュールを作製し、該モジュールに ヘパリン添加ヒト新鮮血を線速1.0cm/秒にて15 分間通過させ、続いて生理食塩水を1分間通過させた。 次に中空糸状膜を5mm間隔程度に細断し、0.5%ポ リエチレングリコールアルキルフェニルエーテル(和光 純薬社製商品名トリトンX-100)を含む生理食塩水 中で超音波照射して膜表面に粘着した血小板から放出さ れる乳酸脱水素酵素(以下、「LDH」という)を定量 することにより膜面積(内表面換算)当たりのLDH活 性として算出した。酵素活性の測定はLDHモノテスト キット (ベーリンガー・マンハイム・山之内社製) を使 用した。なお、陽性対照としてPVPを含有しない膜 (γ線照射前の実施例1の膜を有効塩素濃度1,500 ppmの次亜塩素酸ナトリウムに2日間浸漬した後、エ タノールに1日間浸漬することにより得られたもの)を 用い、試験品と同時に比較した。

【0054】(血漿タンパク質吸着量)膜への血漿タンパク質吸着量は、限外濾過時間を240分にした以外はアルブミンの透過率測定と同様な操作を行った後、生理食塩水で1分間洗浄した。次に中空糸状膜を5mm間隔程度に細断し、1.0%ラウリル酸ナトリウムを含む生理食塩水中で攪拌して抽出した血漿タンパク質を定量することにより膜重量当たりのタンパク質吸着量として算出した。タンパク質濃度はBCAプロテインアッセイ(ピアース社製)を使用した。なお、陽性対照としてPVPを含有しない膜(γ線照射前の実施例1の膜を有効

塩素濃度1,500ppmの次亜塩素酸ナトリウムに2日間浸漬した後、エタノールに1日間浸漬することにより得られたもの)を用い、試験品と同時に比較した。 【0055】

【実施例1】 (製膜及び残溶剤の除去) ポリスルホン (Amoco Engineering Polyme rs社製P-1700) 18.0重量%、ポリビニルピ ロリドン (BASF社製 K90、重量平均分子量1, 200,000) 4. 3重量%を、N, N-ジメチルア セトアミド 77. 7重量%に溶解して均一な溶液とし た。ここで、製膜原液中のポリスルホンに対するポリビ ニルピロリドンの混和比率は23.9重量%であった。 この製膜原液を60℃に保ち、N, N-ジメチルアセト アミド30重量%と水70重量%の混合溶液からなる内 部液とともに、紡口(2重環状ノズル O. 1 mm-0.2mm-0.3mm) から吐出させ、0.96mの エアギャップを通過させて75℃の水からなる凝固浴へ 浸漬した。この時、紡口から凝固浴までを円筒状の筒で 囲み、筒の中に水蒸気を含んだ窒素ガスを流しながら、 筒の中の湿度を54.5%、温度を51℃にコントロー ルした。紡速は、80m/分に固定した。ここで、紡速 に対するエアギャップの比率は、0.012m/(m/ 分)であった。巻き取った糸束を切断後、糸束(長さ3 0 c m、膜本数 9 4 0 0 本) の切断面上方から 8 0 ℃の 熱水シャワーを2時間かけて洗浄することにより膜中の 残溶剤を除去した。

【0056】(湿潤膜の乾燥及びPVPの不溶化処理)図1に示す装置を用いて、上記の残溶剤除去後の糸束(含水率が300%、糸束中心部の膜の含水率が300%、糸束外周部の膜の含水率が300%、糸束の中心部と外周部における膜の含水率の差が0%)90束をマイクロ波照射炉(照射炉内の風速3m/秒)内に、トレーに糸束をセットすることにより、それぞれを等間隔で均等に配置した。この時糸束の切断面が必ず上又は下になるように治具で固定した。さらに、照射炉内でそれぞれの糸束に均一にマイクロ波が照射されるように6本の導波管をそれぞれ等間隔で均等に固定した。

【0057】該糸束に対してマイクロ波出力30kW (キロワット)で18分間マイクロ波照射した。この時点で照射炉内の中心部に位置する糸束の含水率は42% (糸束中心部の膜の含水率が44%、糸束外周部の膜の含水率が40%)であった。引き続いてマイクロ波の出力のみを21kWに低下させてさらに8分間マイクロ波照射することにより含水率が1%未満の乾燥膜(糸束)を得た。

【0058】また、乾燥開始時から乾燥終了時までの間、以下の操作を行なった。

- (1) 照射炉内のトレーの周りに設置した非金属製配管内に水を流した。
- (2) トレーを1分間に4回転の速度で回転させた。

- (3) 照射炉内の温度を70±2℃に保持した。
- (4)各糸束の下部から4m/秒の風速にて除湿空気(湿度10%以下)を糸束の下部から上部へと通風した。この時、糸束の上部からは乾燥開始時において糸束平均で0.4m/秒の風速が測定された。さらに、得られた乾燥膜(糸束)に2.5Mradのγ線を照射することにより膜中のPVPの一部を不溶化した。

【0059】(性能評価結果)全糸束を評価した時の各物性の平均値と該平均値に対して最も外れた値を有する糸束(最外性能の糸束)の各物性を表1に示す。平均値に相当する糸束(膜)を有効濾過面積1.5  $m^2$ のモジュールにして $\beta$ 2ーミクログロブリンのクリアランスを実測したところ、32mL/分で有ることが分かり、PVPの透過率を式(5)に代入して算出したクリアランス32.5mL/分と同等であることが明らかとなった。さらに、該モジュールにて尿素、ビタミンB12の透過測定を行ったところ、尿素のクリアランスと透過率はそれぞれ185mL/分、83%であった。また、ビタミンB12については同様に95mL/分、48%であった。測定は、

【0044】と同様な方法で行った。また、膜中の全P VP量の62%が、水に不溶であった。膜の溶出物試験 をした結果、溶出物試験液の吸光度は0.04以下であ った。また、膜孔保持剤を用いていないことから溶出物 試験液中に膜孔保持剤は含まれて無かった。さらに、こ の膜は陽性対照膜に比べて、血小板粘着量が低く(陽性 対照膜43Unit/m²)、且つ血漿タンパク質の粘 着量も低いことが明らかとなった(陽性対照膜63mg /g)。以上に挙げた性能から、この膜は、膜からの溶 出量が極めて少なく、血液タンパク質や血小板の付着が、 少ないことが明らかとなった。また、アルプミンの透過 率が少なく82ーミクログロブリンのクリアランスにも 優れることから透析性能にも優れた膜であることが分か った。さらに、全糸束の平均値と該平均値に対して最も 外れた値を有する糸束(最外性能の糸束)との性能差も 比較例1に比べて少ないことが明らかとなった。

#### [0060]

【実施例2】製膜原液中のポリビニルピロリドンを4重量%、N,Nージメチルアセトアミドを78重量%とした以外は、実施例1と同様な操作を行った。この時の製膜原液中のポリスルホンに対するポリビニルピロリドンの混和比率は22.2重量%であった。この時の全糸束を評価した時の各物性の平均値と該平均値に対して最も外れた値を有する糸束(最外性能の糸束)の各物性を表1に示す。この膜は、膜からの溶出量が極めて少なく、血液タンパク質や血小板の付着が少ないことが明らをなった。また、アルブミンの透過率が少なく、且つβ2ーミクログロブリンのクリアランスにも優れることが分かった。さらに、全糸束の平均値と該平均値に対して最

も外れた値を有する糸束(最外性能の糸束)との性能差 も比較例1に比べて少ないことが明らかとなった。

#### [0061]

【実施例3】製膜原液中のポリビニルピロリドンを4. 8重量%、N, N-ジメチルアセトアミドを11.2重 量%とした以外は、実施例1と同様な操作を行った。こ の時の製膜原液中のポリスルホンに対するポリビニルピ ロリドンの混和比率は26.7重量%であった。この時 の全糸束を評価した時の各物性の平均値と該平均値に対 して最も外れた値を有する糸束(最外性能の糸束)の各 物性を表1に示す。この膜は、膜からの溶出量が極めて 少なく、血液タンパク質や血小板の付着が少ないことが 明らかとなった。また、アルブミンの透過率が少なく、 且つ82-ミクログロプリンのクリアランスにも優れる ことが示唆されたことから透析性能にも優れた膜である ことが分かった。さらに、全糸束の平均値と該平均値に 対して最も外れた値を有する糸束(最外性能の糸束)と の性能差も比較例1に比べて少ないことが明らかとなっ た。

#### [0062]

【実施例4】内部液にN、Nージメチルアセトアミド52重量%と水48重量%からなる混和溶液を用いた以外は、実施例3と同様な操作を行った。この時の全糸束を評価した時の各物性の平均値と該平均値に対して最も外れた値を有する糸束(最外性能の糸束)の各物性を表1に示す。この膜は、膜からの溶出量が極めて少なく、血液タンパク質や血小板の付着が少ないことが明らかとなった。また、アルブミンの透過率が少なく、且つβ2一ミクログロブリンのクリアランスにも優れることが示唆されたことから透析性能にも優れた膜であることが分かった。さらに、全糸束の平均値と該平均値に対して最も外れた値を有する糸束(最外性能の糸束)との性能差も比較例1に比べて少ないことが明らかとなった。

#### [0063]

【比較例1】γ線照射しない以外は、実施例1と同様な操作を行った。この結果を表2に示す。PVPの溶出のため溶出試験液の吸光度が0.04を超えることが明らかとなった。性能評価は、照射炉内中心部に位置する糸束のみを行なった。

#### [0064]

【比較例2】製膜原液中のポリビニルピロリドンを5.0重量%、N,Nージメチルアセトアミドを77.0重量%とした以外は、実施例1と同様な操作を行った。この時の製膜原液中のポリスルホンに対するポリビニルピロリドンの混和比率は27.8重量%であった。この糸束の性能を表2に示す。製膜原液中のポリスルホンに対するポリビニルピロリドンの混和比率が27重量%を超えているので、溶出量、膜内表面PVP濃度が増加している。性能評価は、照射炉内中心部に位置する糸束のみ

を行なった。

#### [0065]

【比較例3】製膜原液中のポリビニルピロリドンを3.6重量%、N,Nージメチルアセトアミドを78.4重量%とした以外は、実施例1と同様な操作を行った。この時の製膜原液中のポリスルホンに対するポリビニルピロリドンの混和比率は20.0重量%であった。この糸束の性能を表2に示す。膜内表面のPVP量が30%を下回っていることが明らかとなった。性能評価は、照射炉内中心部に位置する糸束のみを行なった。

#### [0066]

【比較例4】内部液にN, N-ジメチルアセトアミド6 0重量%と水40重量%からなる混和溶液を用いた以外 は、実施例3と同様な操作を行った。この糸束の性能を 表2に示す。この膜は、アルブミンの透過率が0.3% を超えており、またPVPの透過率も75%を超える性 能であった。性能評価は、照射炉内中心部に位置する糸 束のみを行なった。

#### [0067]

【比較例5】内部液にN、N-ジメチルアセトアミド1 0重量%と水90重量%からなる混和溶液を用いた以外 は、実施例1と同様な操作を行った。この糸束の性能を 表2に示す。純水の透水量が10mL/(m²・hr・ mmHg)を下回る性能であった。性能評価は、照射炉 内中心部に位置する糸束のみを行なった。

#### [0068]

【0044】に示した方法で臨床血液評価したところ、透析患者の白血球数が一時的に低下するロイコペニア症状が観察された。性能評価は、照射炉内中心部に位置する糸束のみを行なった。

#### [0069]

【比較例7】 照射炉内のトレーの周り及びトレー下部に設置した非金属製の配管内に水を流さない以外は実施例1と同様な操作を行った。この時の全糸束を評価した時の各物性の平均値と該平均値に対して最も外れた値を有する糸束(最外性能の糸束)の各物性を表3に示す。マイクロ波照射の間トレーの金属部材からは放電が観察された。この放電・加熱によりトレーの金属治具周辺にある糸束の中には透水量が0(ゼロ)であるものが見られ、明らかに性能不良の糸束が発生することが明らかとなった。

#### [0070]

#### 【表1】

実施例1 実施例 2 実施例3 実施例4 
 全未束
 最外性
 全条束
 最外性
 全条束
 最外性

 の平均
 飯の糸
 の平均
 飯の糸
 の平均
 飯の糸

 値
 束の値
 飯の糸
 東の値

 全条束 最外性 の平均 能の糸 東の値 195 195 200 200 195 195 196 198 膜内径(μm) 膜外径(μm) 285 286 288 290 285 283 286 289 资水量(mL/(m\* 22 19 18 . 15 28 20 420 400 hr·mmHg)) 0.01 以下 0.01 以下 10.0. 0.01 0.01 0.01 以下 0.01 以下 0.01 アルプミンの UT UF UT 以下 透過率 (%) PVP の 72 72 透過率 (%) 86 36 85 85 44 膜内表面 PVP 濃 80 80 44 度(重量%) 水に不熔である 有り 有り 有り PVP の有無 0.022 0.020 0.020 Q.035 0.035 0.022 0.022 0.022 溶出物試験核の 吸光度 溶出物試験被中 無し 無し 無し 無し 無し 無し 無し 無し の譲礼保持剤の 有無 血小板粘着量 15.6 15.7 17.7 17.5 4.1 4.1 14.0 14.1 (LDH-Unit/m2) 5.6 1.9 2.0 2.0 血漿タンパク質 2.2 2.2 5.5 1.9 吸着量(mg/g) 乾燥前温洞膜の 190 190 170 170 260 260 8100 3100 透水量(mL/(m) hr·mmHg)) 0.85 0.35 0.51 0.51 乾燥前湿潤膜の 0.82 0.32 0.34 0.34 ナルプミンの 透過率(%) 99 -84 **84** . 99 乾燥前湿潤膜の 77 77 84 84 透過率 (%)

[0071]

【表2】

. :	比較例1.	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	比較例6
膜内径(μ m)	195	201	200	196	202	190
膜外径(µm)	282	291	292	296	291	281
透水量(mL/(m <sup>3</sup> · hr·mmHg))	22	35	16	960	9	15
アルブミンの 透過率 (%)	0.01 以下	10.01 不以	0.01 以下	0.87	0.01 以下	0.01 以下
PVPの 透過率(%)	4	5	4	79	Ó	4
膜内表面 PVP 濃度(重量%)	35	46	.28	33	84	36
水に不溶である PVP の有無	無し	有り	有り	有り	有り	有り
溶出物試験液の 吸光度	0.047	0.088	0.016	0.020	0.020	0.022
容出物試験液中 の膜孔保持剤の 有無	無し	無し	無し	無し	無し	無し
血小板粘着量 (LDH·Unit/m²)	15.5	8.8	19.2	15.4	15.1	16.6
血漿タンパク質 吸着量(mg/g)	2.1	2.1	6.0	2.8	2.1	3.0
乾燥前湿潤膜の 透水量(mL/(m <sup>2</sup> ・ hr·mmHg))	190	310	130	8500	76	190
乾燥前湿潤膜の アルプミンの 透過率 (%)	0.82	0.38	0.32	0.60	0.17	0.31
乾燥前湿潤膜の PVPの 透過率(%)	77	85	76	100	52	76

【0072】 【表3】

•	比較例7			
	全糸束	最外性		
	の平均	他の糸		
	催	束の値		
膜内径(µm)	195	191		
膜外径(µm)	285	280		
透水量(mL/(m²· hr·mmHg))	. 16	. 0		
アルブミンの	0.01	測定不		
透過率 (%)	以下	可能		
PVP Ø	3	拠定不		
透過率 (%)		可能		
膜内表面 PVP 濃度(重量%)	35	85		
水に不溶である PVP の有無	有り	有り		
溶出物試験液の 吸光度	0.022	0.022		
裕出物試験被中 の膜孔保持剤の 有無	無し	無し		
血小板粘着量 (LDH-Unit/m²)	15.0	測定不 可能		
血漿タンパク質 吸着量(mg/g)	2.1	2.1		
乾燥前湿潤膜の 透水量(mL/(m²・ hr·mmHg))	190	190		
乾燥前湿潤膜の アルブミンの 透過率 (%)	0.32	0.32		
乾燥前湿潤膜の PVPの 透過率 (%)	77	77		

### [0073]

【発明の効果】本発明の乾燥装置によれば、糸東状に製束された湿潤膜をマイクロ波照射により複数束同時に乾燥する場合においても、一部の糸束に性能不良を生ずることなく中空糸膜を乾燥することができる。製造された中空糸膜は、膜からの溶出量が極めて少なく、血液タンパク質や血小板の付着が少ない優れた透析性能を有することから医薬用途、医療用途、及び一般工業用途に用いることができる。

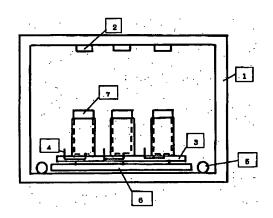
## 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の血液浄化膜の製造装置の一例を示す正 面図である。

### 【符号の説明】

- 1 容器
- 2 マイクロ波照射手段
- 3 糸束を固定し搬入・搬出する手段
- 4 通風手段
- 5 液体通過手段
- 6 回転手段
- 7 糸束

【図1】



## フロントページの続き

F ターム(参考) 3L113 AA03 AC12 BA01 CA08 DA24 4C077 AA05 BB01 GG20 LL05 NN03 PP02 PP03 PP13 PP15 4D006 GA13 MA01 MB06 MC40X MC62X NA05 NA12 NA50 NA62 NA64 PB09 PB52